

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-305307

(43)Date of publication of application : 02.11.2000

(51)Int.Cl.

G03G 9/08

(21)Application number : 11-116992

(71)Applicant : NIPPON SHOKUBAI CO LTD

(22)Date of filing : 23.04.1999

(72)Inventor : KUSHINO MITSUO
MATSUMOTO MAKOTO
MORIKAWA MAMIKO

(54) PRODUCTION OF FLASH FIXABLE TONER

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for producing a flash fixable toner by homogeneously and finely dispersing an infrared absorbing agent in a toner composition consisting of a binder resin, a colorant, an electric charge controlling agent, or the like.

SOLUTION: The infrared absorbing agent is dissolved or dispersed in a solvent so that its content is adjusted to 1-70 wt.%, which then is added to the toner composition containing at least the binder resin and the colorant to obtain the flash fixable toner. The infrared absorbing agent to be used has the maximum absorption wavelength at 750-1,100 nm wavelength.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

04.08.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3011936

[Date of registration]

10.12.1999

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2000-305307
(P2000-305307A)

(43) 公開日 平成12年11月2日 (2000.11.2)

| | | | |
|---------------------------|------|--------------|-----------------|
| (51) Int.Cl. ⁷ | 識別記号 | F I | テームト (参考) |
| G 0 3 G 9/08 | | G 0 3 G 9/08 | 3 6 5 2 H 0 0 5 |

審査請求 有 請求項の数 4 O L (全 10 頁)

| | | | |
|-----------|------------------------|----------|--|
| (21) 出願番号 | 特願平11-116992 | (71) 出願人 | 000004628 株式会社日本触媒 大阪府大阪市中央区高麗橋4丁目1番1号 |
| (22) 出願日 | 平成11年4月23日 (1999.4.23) | (72) 発明者 | 申野 光雄 大阪府吹田市西御旅町5番8号 株式会社 日本触媒内 |
| | | (72) 発明者 | 松本 誠 大阪府吹田市西御旅町5番8号 株式会社 日本触媒内 |
| | | (74) 代理人 | 100072349 弁理士 八田 幹雄 (外3名) |

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 フラッシュ定着トナーの製造方法

(57) 【要約】

【課題】 赤外線吸収剤を、結着樹脂、着色剤、電荷制御剤等のトナー組成物に均一かつ微分散させることのできるフラッシュ定着トナーの製造方法を提供する。

【解決手段】 少なくとも結着樹脂、着色剤および赤外線吸収剤を含むフラッシュ定着トナーの製造法において、前記赤外線吸収剤を溶剤に溶解あるいは分散させた後、前記結着樹脂および着色剤を含有するトナー組成物に添加すること特徴とするフラッシュ定着トナーの製造方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくとも結着樹脂、着色剤および赤外線吸収剤を含むフラッシュ定着トナーの製造法において、前記赤外線吸収剤を溶剤に溶解あるいは分散させた後、前記結着樹脂および着色剤を含有するトナー組成物に添加することを特徴とするフラッシュ定着トナーの製造方法。

【請求項2】 該赤外線吸収剤が、波長750nm～1100nmに最大吸収波長を有する赤外線吸収剤である請求項1記載のフラッシュ定着トナーの製造方法。

【請求項3】 該赤外線吸収剤を予め溶剤に分散あるいは溶解した、赤外線吸収剤液の赤外線吸収剤の濃度が1重量%～70重量%である請求項1記載のフラッシュ定着トナーの製造方法。

【請求項4】 該赤外線吸収剤が、トナー組成物全体の0.01重量%～5重量%である請求項1記載のフラッシュ定着トナーの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、フラッシュ定着トナーの製造方法に関する。詳しくは、赤外線吸収剤を含むフラッシュ定着トナーの製造技術に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 電子写真方式における被印刷物への画像定着方式としては、従来主としてヒートロール方式が使用されている。しかしながら、この方式は、トナーにより画像形成された紙等の被印刷物を加熱ロール間に通して、トナーを被印刷物に熱圧着させるものであるため、定着部で目詰まりを起こしたり、画像が押しつぶされるため解像度が低下する、被印刷物の種類が限られる等の問題を有するものである。

【0003】 フラッシュ定着方式は、非接触定着法の一つであって、上記したようなヒートロール方式における問題はなく優れた定着方式であるが、キセノンフラッシュランプの光、特に赤外光をトナー中の成分が吸収することで熔融し定着するものであるため、赤外光の吸収能を有しないまたは弱い色剤を多く用いるカラートナーでは、定着不良が生じる。

【0004】 このような定着不良の問題を解決する方法として、特開昭63-161460号公報には、フラッシュ定着トナー中に波長800～1100nmに光吸収ピークを有する赤外線吸収剤を分散配合することが提案されている。

【0005】 トナーの製造は、一般的に結着樹脂、着色剤、電荷制御剤等のトナー組成物をヘンシェルミキサー等の粉体混合機で予備混合を行い、その後2軸押出機等の混練装置に連続フィードし、熔融混練する事で、結着樹脂中に着色剤等の添加剤を分散させ、その混練物を粉碎、分級することで連続的に行われている。分散操作に

よる結着樹脂中への着色樹脂等の添加剤の分散度合い及び濃度の均一性は、トナー物性に影響を及ぼす重要な要因である。

【0006】 特に上記したような赤外線吸収剤を配合してなるフラッシュ定着トナーにおいて、トナー中の赤外線吸収剤の分散度及び濃度のばらつきは、トナーの定着性と直接結びつく要素であるため要求される分散度及び濃度の均一性は非常に高いものとなる。

【0007】 しかし、赤外線吸収剤は、結着樹脂、着色剤等に比べその添加量が少ないため、トナーを製造するに際して予備混合を充分行っても、トナー製造時に連続的に熔融混練され押し出されてくるトナー組成物における赤外線吸収剤濃度を一定にすることは非常に困難である。

【0008】 さらにトナーの生産性も非常に重要なポイントとなるため、該混練時ににおいて2軸押出機等での熔融混練時間が限定され、赤外線吸収剤を微分散するには充分とは言えなくなるものである。

【0009】 上述のように赤外線吸収剤の分散不良、濃度の不均一は、定着性不良の原因ともなるだけでなく、また赤外線吸収剤が局在するとフラッシュ光を吸収し局部的に過剰発熱が生じ易くトナー部分にボイド（白抜け）を生じることがある。さらに赤外線吸収性の問題のほか、赤外線吸収剤の化合物の構造及び官能基等から、トナーの帯電性への問題も生じるものである。

【0010】

【発明が解決しようとする課題】 上記の通りフラッシュ定着トナーについては、赤外線吸収剤を結着樹脂、着色剤、電荷制御剤等のトナー組成物に均一かつ微分散させる技術の開発が望まれている。

【0011】 したがって、本発明は、改良されたフラッシュ定着トナーの製造方法を提供することを目的とする。本発明はまた、赤外線吸収剤を、結着樹脂、着色剤、電荷制御剤等のトナー組成物に均一かつ微分散させることのできるフラッシュ定着トナーの製造方法を提供することを目的とする。本発明はさらに、高い赤外線吸収能を有しフラッシュ定着性が良好でかつ経済的にも安価なフラッシュ定着トナーを製造し得る製造方法を提供することを目的とするものである。

【0012】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは、上記諸目的を達成すべく鋭意研究を重ねた結果、フラッシュ定着トナーに配合しようとする赤外線吸収剤を予め溶剤に溶解あるいは分散させ後、結着樹脂、着色剤等のその他のトナー成分からなるトナー組成物に添加することによって、赤外線吸収剤が微分散され且つトナー粒子相互および各トナー粒子内部における赤外線吸収剤の濃度ないし分布が均一に保たれたトナーを得ることができることを見出し、発明を完成したものである。

【0013】 すなわち、上記諸目的を達成する本発明

は、少なくとも結着樹脂、着色剤および赤外線吸収剤を含むフラッシュ定着トナーの製造法において、前記赤外線吸収剤を溶剤に溶解あるいは分散させた後、前記結着樹脂および着色剤を含有するトナー組成物に添加することと特徴とするフラッシュ定着トナーの製造方法である。

【0014】本発明はまた、前記赤外線吸収剤が、波長750nm～1100nmの範囲内に最大吸収波長を有する赤外線吸収剤である上記に記載のフラッシュ定着トナーの製造方法を示すものである。

【0015】本発明はまた、該赤外線吸収剤を予め溶剤に分散あるいは溶解した、赤外線吸収剤液の赤外線吸収剤の濃度が1重量%～70重量%である上記に記載のフラッシュ定着トナーの製造方法を示すものである。

【0016】本発明はさらに、前記赤外線吸収剤が、トナー組成物全体の0.01重量%～5重量%の割合で配合されるものである上記に記載のフラッシュ定着トナーの製造方法を示すものである。

【0017】本発明はさらにまた、トナー成分に赤外線吸収剤が溶解している上記に記載のフラッシュ定着トナーの製造方法を示すものである。

【0018】本発明はまた、トナー成分に赤外線吸収剤が平均粒径0.5μm以下で分散して存在している上記に記載のフラッシュ定着トナーの製造方法を示すものである。

【0019】

【発明の実施の形態】以下、本発明を実施態様に基づきより詳細に説明する。

【0020】本発明に使用できる赤外線吸収剤は、赤外線を吸収しうるものであれば特に限定されるものではないが、フラッシュ定着における代表的な光源であるキセノンフラッシュランプの照射光（主に波長800nm～1100nmの近赤外光）を効率よく吸収して発熱するという観点から、最大吸収波長が750～1100nmの範囲内にあるものが好ましく、より好ましくは800～1100nmの範囲内にあるものである。

【0021】具体的には、シアニン化合物、ジイモニウム化合物、アミニウム化合物、Ni錯体化合物、フタロシアニン化合物、アントラキノン化合物、ナフタロシアニン化合物などが例示できる。

【0022】このような赤外線吸収剤としては、市販に入手可能なものとして、例えば、日本化薬製のKaysorb IR-750、IRG-002、IRG-003、IRG-022、IRG-023、IR-820、CY-2、CY-4、CY-9、CY-10、CY-17、CY-20など、およびビス（1，2-ジフェニレン-1，2-ジオクチル）ニッケルなどが例示できる。

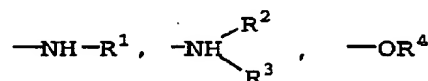
【0023】さらに赤外線吸収剤は、後述するように溶剤中に添加した場合において、当該溶剤に溶解し得るないしは微分散化し得るものであることが、最終的にフラ

ッシュ定着トナーとした場合において、トナー粒子相互および各トナー粒子中における赤外線吸収剤の濃度ないし分散分布の均一化を向上させることが期待できることから望ましい。さらに、赤外線吸収剤は、トナー中に配合される結着樹脂やワックス等の成分に溶解し得るものであることが望まれる。トナーの結着樹脂中に赤外線吸収剤が溶解すると、結着樹脂中に配合された赤外線吸収剤が分子レベルで分散することとなるため、赤外線吸収剤の有する本来の能力を充分発現でき、わずかな添加量であっても、フラッシュ定着時における発熱作用によって結着樹脂を効果的に溶融することができるものとなる。

【0024】このような樹脂成分に対して溶解ないし微分散し得る赤外線吸収剤としては、使用される溶剤の種類等によってその溶解性が左右されるため、一概には示しにくいところであるが、例えば、上記したような各種の化合物群において、溶解性を向上させるために以下に示すような官能基を導入してなるものなどを例示することが可能である。

【0025】

【化1】



【0026】（式中、R¹～R⁴はそれぞれ独立して、C1～C20のアルキル基、フェニル基、トリル基、キシル基、ナフチル基、エチルフェニル基、プロピルフェニル基、ブチルフェニル基、またはナフチル基である。）

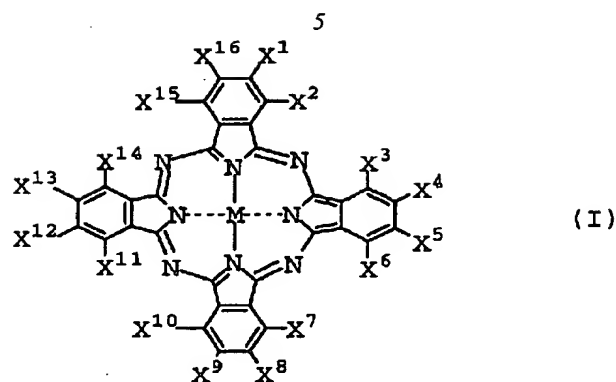
また、上記に例示した市販に入手し得る赤外線吸収剤のうち、樹脂成分に対し溶解性ないし微分散性が優れるものとしては、Kaysorb IRG-002、IRG-003、CY-10などが挙げられる。

【0027】さらに、本発明において用いることのできる赤外線吸収剤としては、下記一般式（I）で表されるものを特に好ましく例示できる。

【0028】このような一般式（I）で示されるフタロシアニン系化合物からなる赤外線吸収剤は、フラッシュ定着トナーの結着樹脂として用いられ得る樹脂に対して良好な相溶性を示し、樹脂中に溶解した状態ないしは微分散化することができる。

【0029】

【化2】



【0030】（但し、式中、置換基 $X^1 \sim X^{16}$ のうち少なくとも1つは $NH-R$ （但し、 R は炭素数1～8のアルキル基、または置換基を有していても良いアリール基、好ましくは置換基を有していても良いフェニル基である。）であり、また、 M は無金属、金属、金属酸化物、金属カルボニル、または金属ハロゲン化物である。）

一般式（I）で示される化合物における M としての金属は、例えば、銅、亜鉛、コバルト、ニッケル、鉄、バナジウム、チタン、インジウム、アルミニウム、錫、ガリウム、ゲルマニウム等が含まれ、金属のハロゲン化物は、フッ化物、塩化物、臭化物等である。中心原子ないし原子団 M として、好ましくは、銅、亜鉛、コバルト、ニッケル、鉄、バナジウム、チタン、クロロインジウム、塩化スズ、塩化ガリウム、ジクロロゲルマニウム、ヨウ化インジウム、ヨウ化アルミニウム、ヨウ化ガリウム、コバルトカルボニル、または鉄カルボニルを有するものが望まれる。特にバナジウム、または塩化スズを有するものが望まれる。

【0031】一般式（I）において、フタロシアニン骨格の芳香族環中に $X^1 \sim X^{16}$ で示した置換基として少なくとも1個、より好ましくは3個以上、特に好ましくは4～10個の $NH-R$ 基を有するのが良い。

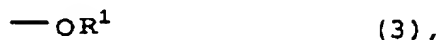
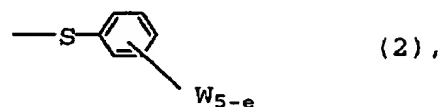
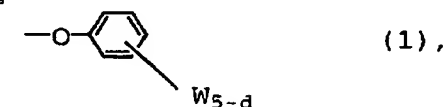
【0032】具体的な $NH-R$ 置換基としては、例えば、メチルアミノ、エチルアミノ、 p -プロピルアミノ、イソプロピルアミノ、 n -ブチルアミノ、イソブチルアミノ、 $tert$ -ブチルアミノ、 n -ペンチルアミノ、 n -オクチルアミノなどのアルキルアミノ基、あるいは、アニリノ、 o -トルイジノ、 p -トルイジノ、 m -トルイジノ、2, 4-キシリジノ、2, 6-キシリジノ、2, 4-エチルアニリノ、2, 6-エチルアニリノ、 o -メトキシアニリノ、 p -メトキシアニリノ、 m -メトキシアニリノ、 o -エトキシアニリノ、 p -エトキシアニリノ、 m -エトキシアニリノ、2, 4-エトキシアニリノ、2, 6-エトキシアニリノ、 o -フルオロアニリノ、 p -フルオロアニリノ、テトラフルオロアニリノ、 p -エトキシカルボニルアニリノなどのアリールアミノないし置換アリールアミノ基が挙げられる。

【0033】また一般式（I）において、 $X^1 \sim X^{16}$ で

示した置換基として、存在し得る他の置換基としては、水素原子、ハロゲン原子、

【0034】

【化3】



【0035】（但し式中、 R^1 、 R^2 は、それぞれ独立に、炭素原子数1～8のアルキル基を表し； W は水素原子、炭素原子数1～4個のアルキル基、炭素原子数1～4個のアルコキシ基またはハロゲンを表し； d 、 e はそれぞれ独立に1～5の整数である。）で示されるものが含まれる。

【0036】ここにおいて、炭素原子数1～4のアルキル基とは、メチル基、エチル基、 n -プロピル基、イソプロピル基、 n -ブチル基、イソブチル基および $tert$ -ブチル基を意味する。また炭素原子数1～8のアルキル基とは、前記のアルキル基の他に、直鎖または分枝状のペンチル基、直鎖または分枝状のヘキシル基、直鎖または分枝状のヘプチル基、直鎖または分枝状のオクチル基を含む。炭素原子数1～4個のアルコキシ基は、メトキシ基、エトキシ基、 n -プロポキシ基、 n -ブトキシ基、イソブトキシ基および $tert$ -ブトキシ基を意味する。炭素原子数1～4個のアシル基は、ホルミル基、アセチル基、プロピオニル基、ブチリル基、イソブチリル基を意味する。

【0037】また、他の置換基としてのハロゲン原子としては、例えば、フッ素原子、塩素原子、臭素原子、ヨウ素原子等が挙げられ、その中でフッ素原子、塩素原子が好ましく、特に好ましくはフッ素原子である。フッ素原子の置換基を有することにより溶解性の向上が期待できる。

【0038】他の置換基としての一般式（1）で表される置換基としては、具体的には、例えば、フェノキシ、 o -メチルフェノキシ、 o -メトキシフェノキシ、 o -フルオロフェノキシ、テトラフルオロフェノキシ、 p -メチルフェノキシ、 p -フルオロフェノキシなどが例示できる。

【0039】他の置換基としての一般式（2）で表される置換基としては、具体的には、例えば、フェニルチオ、 o -メチルフェニルチオ、 o -メトキシフェニルチオ、 o -フルオロフェニルチオ、テトラフルオロフェニルチオ、 p -メチルフェニルチオ、などが例示

できる。

【0040】他の置換基としての一般式(3)で表される置換基としては、具体的には、例えば、メトキシ、エトキシ、*p*-プロピルオキシ、イソプロポキシ、*n*-ブトキシ、イソブトキシ、*tert*-ブトキシ、*n*-ペンチルオキシ、*n*-オクチルオキシなどが例示できる。

【0041】他の置換基としての一般式(4)で表される置換基としては、例えば、メチルチオ、エチルチオ、*p*-プロピルチオ、イソプロピルチオ、*n*-ブチルチオ、イソブチルチオ、*tert*-ブチルチオ、*n*-ペンチルチオ、*n*-オクチルチオなどが例示できる。

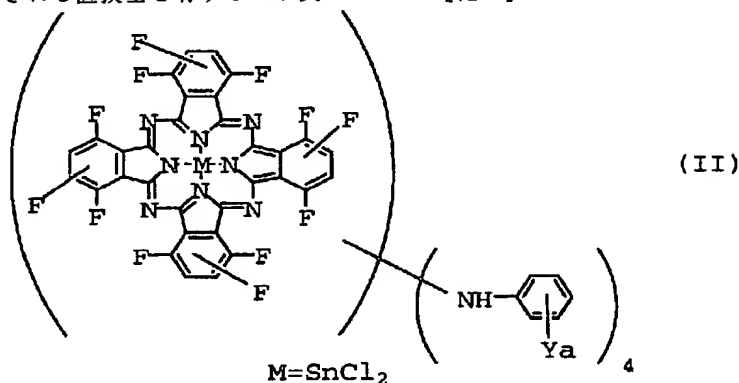
【0042】一般式(I)で表されるフタロシアニン系化合物は、前記したように、置換基 $X^1 \sim X^{16}$ のうち、少なくとも1つ、より好ましくは3個以上、特に好ましくは4~10個がNH-Rで表される置換基であるものであれば良いが、さらには一般式(I)においてMで表される中心原子ないし中心原子団が、バナジルまたは塩化スズであるものが好ましい。さらに好ましくは、NH-Rで表される置換基での置換位置以外の残位のすべてがフッ素原子あるいは上記一般式(1)、(2)、(3)または(4)で表される置換基を有するのが良

*い。NH-Rで表される置換基を有することにより、また更に中心金属MがVOあるいは $SnCl_2$ であることにより、フタロシアニン系化合物の結着樹脂に対する溶解性の向上および所望する750~1100nmの波長領域における最大吸収ピークが長波長側へのシフトが期待できるものであるが、これ以外の上記したような置換基のうち、特にフッ素原子あるいは上記一般式(1)、(2)、(3)または(4)で表される置換基を有することにより溶解性の向上あるいは最大吸収ピークの長波長側へのシフトが期待できるためである。しかしながら、もちろん、上記した置換基(水素原子を除く。)は、いずれも結着樹脂に対する溶解性の向上および/または所望する750~1100nmの波長領域における最大吸収ピークの長波長側へのシフトに寄与できるものである。

【0043】一般式(I)で表されるフタロシアニン系化合物としては、さらに以下に示される一般式(II)または(III)で表されるものが好ましい。この中で特に一般式(III)で表されるものが好ましい。

【0044】

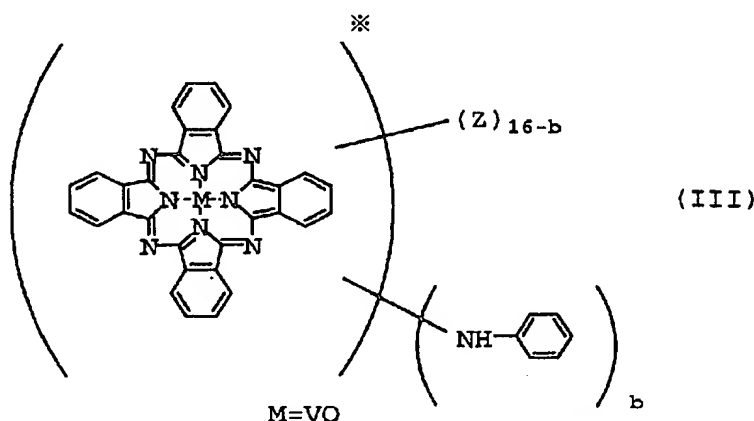
【化4】



【0045】(但し、式中Yは炭素数1~4のアルキルまたはアルコキシル基であり、aは1または2である。)

※【0046】

【化5】



【0047】(但し、式中Zは置換基を有していても良いフェニルチオ基、置換基を有していても良いフェノキシ基、炭素数1~8のアルコキシル基、炭素数1~8の

アルキルチオ基またはフッ素原子、より好ましくはフッ素原子であり、bは6~10の整数である。)

さらに一般式(I)で表されるフタロシアニン系化合物

をほんの一例ではあるが、好ましいものを具体的に例示すると、例えば、オクタキス（アニリノ）-オクタフルオロバナジルフタロシアニン、オクタキス（アニリノ）-オクタキス（フェニルチオ）バナジルフタロシアニン、4-テトラキス（アニリノ）-3, 5, 6-ドデカフルオロ塩化スズフタロシアニン、4-テトラキス（オ-エトキシアニリノ）-3, 5, 6-ドデカフルオロ塩化スズフタロシアニン、4-テトラキス（2, 6-エチルアニリノ）-3, 5, 6-ドデカフルオロ塩化スズフタロシアニン、4-テトラキス（2, 4-ジメトキシアニリノ）-3, 5, 6-ドデカフルオロ塩化スズフタロシアニンなどが挙げられる。なお、これらの化合物の名称において、母体構造の置換位置番号の4, 5位とは、一般式（I）において、 X^1 、 X^4 、 X^5 、 X^8 、 X^9 、 X^{12} 、 X^{13} 、 X^{16} の置換基を示し、3, 6位とは、一般式（I）において、 X^2 、 X^6 、 X^7 、 X^{10} 、 X^{11} 、 X^{14} 、 X^{15} の置換基を示すものである。

【0048】また、フラッシュ定着は、ヒートロール定着とは異なり、キセノンフラッシュランプの照射光を吸収発熱して定着するため、瞬時的に、300℃～600℃程度の温度に達する。このため赤外線吸収剤の熱分解開始温度つまり耐熱温度が低いものであると、分解ガスによる定着画像におけるボイド（白抜け）の発生原因となる虞れがある。従って本発明において使用される赤外線吸収剤の耐熱温度は、230℃以上であることが好ましく、より好ましくは250℃以上、最も好ましくは300℃以上である。

【0049】本発明のフラッシュ定着トナーの製造方法においては、上記したような赤外線吸収剤をトナー組成物における一成分として配合する際に、予め溶剤に溶解ないし分散させた形態（以下、赤外線吸収剤液と称する。）として使用するものである。

【0050】使用できる溶剤としては特に限定はないが、赤外線吸収剤と親和性を有し溶解性あるいは分散性の良い溶剤が好ましい、また溶剤はトナー組成物中から除去されるべき物であるため、連続混練時に簡単に除去できる溶剤が好ましい。

【0051】具体的には例えば、水；アセトン、メチルエチルケトン、エチルアミルケトン、ジイソブチルケトン、メシチルオキシド、メチルイソアミルケトン、メチルイソブチルケトンなどのケトン類；アセトアルデヒド、クロトンアルデヒド、フルフラールなどのアルデヒド類；メチルアルコール、エチルアルコール、n-プロピルアルコール、イソプロピルアルコール、ブチルアルコール、イソブチルアルコール、イソオクチルアルコール、デシルアルコール、メチルアミルアルコール、メチルイソブチルカルピノール、ジアセトンアルコール、ベンジルアルコール、フルフリルアルコール、シクロヘキサノール、メチルシクロヘキサノールなどのアルコール類；エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリ

エチレングリコール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、ヘキシレングリコールなどのグリコール類；エチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、ジエチレングリコールモノブチルエーテルなどのエーテルアルコール類；メチルエーテル、エチルエーテル、イソプロピルエーテル、ジオキサン、ジクロルジエチルエーテルなどのエーテル類；酢酸エチル、酢酸ブチル、酢酸イソプロピル、酢酸セカンダリブチル、酢酸アミル、酢酸ベンジル、シクロヘキサノールアセテートなどのエステル類；n-ペンタン、n-ヘキサン、イソヘキサン、n-ヘプタン、n-オクタン、シクロヘキサメチルシクロヘキサン、ベンゼン、トルエン、キシレン、エチルベンゼン、イソプロピルベンゼン、ベンジン、ミネラルスピリット、ガソリンなどの炭化水素類；塩化メチル、塩化メチレン、四塩化エタン、塩化エチル、塩化ブチル、四塩化炭素、クロロホルム、トリクロルエチレン、テトラクロルエチレン、エチレンクロロヒドリン、メチルクロロホルム、モノクロルベンゼン、ジクロルベンゼン、トリクロルベンゼン、p-クロルフェノールなどの塩化物類；モノメチルアミン、ジメチルアミン、トリエタノールアミン、トリメチルアミン、エチレンジアミン、モノエチレンジアミン、ジエチルアミン、トリエチルアミン、トリブチルアミン、モノイソプロピルアミン、テトラエチレンペンタミンなどのアミン類などが例示できる。このうち、好ましくは、ケトン類、アルコール類、エーテル類、炭化水素類などである。

【0052】赤外線吸収剤液を調製するためには、溶剤に赤外線吸収剤を添加し混合するだけでも良いが、分散液の場合は分散液中における赤外線吸収剤の粒子の大きさが0.5μm以下が好ましく、より好ましくは0.3μm以下、最も好ましくは0.1μm以下である。

【0053】分散方法は特に限定はないが、ホモミキサ、ホモジナイザー等の高速剪断型分散機、ボールミル、コロイドミル、メディヤミル、等の連続あるいはバッチ式の湿式分散機を用いる方法、赤外線吸収剤を溶解する溶剤に溶解した後、赤外線吸収剤を溶解しない溶剤に添加し微細な粒子として析出させる方法等がある。

【0054】また、赤外線吸収剤液を調製する際に着色剤、電荷制御剤等を添加し同時に分散させても良い、また赤外線吸収剤の溶解性あるいは分散性を高めるために、トナー用結着樹脂あるいは赤外線吸収剤と親和性の良い樹脂を添加しても良い。

【0055】このような赤外線吸収剤液における赤外線吸収剤の濃度は、使用される赤外線吸収剤および溶剤の種類およびその組合せによっても、その溶解性あるいは分散性が異なってくるため、それぞれの態様に応じてある程度の変動があるが、一般的には、1重量%～70重

量%が好ましく、より好ましくは1重量%~50重量%である。赤外線吸収剤の濃度が1重量%以下では、溶剤の量が多くなり溶剤除去に時間がかかる、あるいは充分除去出来なく、保存安定性、帯電性、流動性等のトナー物性を低下させる。一方、赤外線吸収剤の濃度が70重量%以上では、溶剤による希釈効果が少なくトナー組成物に添加、混合しても均一分散が出来ないためトナー成分中の赤外線吸収剤濃度にばらつきが生じトナー物性を低下させる原因となる。

【0056】また、赤外線吸収剤液中の赤外線吸収剤濃度は、フラッシュ定着トナー製造の面からは、トナー組成物中に添加される赤外線吸収剤の3~50倍の濃度が好ましく、より好ましくは、3~30倍の濃度である。すなわち、赤外線吸収剤液中の赤外線吸収剤濃度は、添加される赤外線吸収剤の3倍未満であると赤外線吸収剤液量が多くなり、赤外線吸収剤液の生産、ひいてはトナーの製造に時間がかかり、またトナーがコスト高になり好ましくない。添加される赤外線吸収剤の50倍を超える場合は、赤外線吸収剤濃度が高くなりすぎ、トナー組成物に配合する上で赤外線吸収剤液を用いても、得られるトナーにおける赤外線吸収剤の分散不良、濃度の不均一性を十分に改善できない虞れがあるためである。

【0057】次に、本発明のフラッシュ定着トナーの製造方法において用いられる赤外線吸収剤以外の成分について例示する。

【0058】結着用樹脂としては、特に限定されるものではなく、例えば、ポリスチレン系、スチレンと(メタ)アクリル酸エステル、アクリロニトリルあるいはマレイン酸エステルとのスチレンを含む共重合体系、ポリ(メタ)アクリル酸エステル系、ポリエステル系、ポリ

アミド系、エポキシ系、フェノール系、炭化水素系、石油系等の樹脂が挙げられるが、好ましくは、ポリエステル樹脂、あるいはビスフェノールA/エピクロロヒドリン等のエポキシ樹脂が挙げられる。これらの樹脂は、単独であるいは複数組み合わせ用いることができるが、更に他の樹脂や添加剤を併用することもできる。

【0059】また着色剤としては、従来公知のものがい

ン、ピラズロンレッド、ボルドー、ヘリオボルドー、ローダミンレーキ、デュボンオイルレッド、チオインジゴレッド、チオインジゴマルーン、ウォッチングレッドストロンチウム等の赤色着色剤、コバルト紫、ファーストバイオレット、ジオキサンバイオレット、メチルバイオレットレーキ等の紫色着色剤、メチレンブルー、アニリンブルー、コバルトブルー、セルリアンブルー、カルコオイルブルー、無金属フタロシアニンブルー、フタロシアニンブルー、ウルトラマリブルー、インダンスレンブルー、インジゴ等の青色着色剤、クロムグリーン、コバルトグリーン、ピグメントグリーンB、グリーンゴールド、フタロシアニングリーン、マラカイトグリーンオクサレート、ポリクロムブロン銅フタロシアニン等の緑色着色剤などの顔料または染料を例示することができ、これらの顔料または染料は単独あるいは複数組み合わせ用いることができる。

【0060】なお、本発明のフラッシュ定着トナーは、赤外線吸収剤の添加によるフラッシュ定着性の改良を図ったものであるため、特に、黒色以外の着色剤を用いたカラートナーの場合に効果が大きいものである。

【0061】これらの着色剤は、特に限定されるものではないが、トナー組成物中において結着用樹脂100重量部に対し、3~15重量部配合されるものであることが好ましい。

【0062】本発明のフラッシュ定着トナーには、さらに必要に応じてワックス成分、電荷制御剤、流動化剤等の添加剤を配合することが可能である。

【0063】ワックス成分としては、ポリオレフィン系ワックスおよび天然ワックス等が用いられる。ポリオレフィン系ワックスとしては、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリブチレン、エチレン-プロピレン共重合体、エチレン-ブテン共重合体、エチレン-ペンテン共重合体、エチレン-3-メチル-1-ブテン共重合体、あるいはオレフィンとその他の単量体、例えばビニルエステル類、ハロオレフィン類、(メタ)アクリル酸エステル類、(メタ)アクリル酸ないしその誘導体等、との共重合体などが挙げられるが、その重量平均分子量が1000~45000程度のものであることが望ましい。また、天然ワックスとしては、カルバナロウ、モンタンロウ、天然パラフィン等が例示できる。

【0064】電荷制御剤としては、例えば、ニグロシン、モノアゾ染料、亜鉛、ヘキサデシルサクシネート、ナフトエ酸のアルキルエステルまたはアルキルアミド、ニトロフミン酸、N,N-テトラメチルジアミンベンゾフェノン、N,N-テトラメチルベンジジン、トリアジン、サリチル酸金属錯体等が例示できる。本発明のフラッシュ定着トナーにおいて使用される着色剤が黒色以外のものであるカラートナーの形態においては、荷電制御剤としては無色ないし淡色のものが好ましい。

【0065】また、流動化剤としては、例えば、コロイ

ダルシリカ、疎水性シリカ、疎水性チタニア、疎水性ジルコニア、タルク等の無機微粒子、その他、ポリスチレンビーズ、(メタ)アクリル樹脂ビーズ等の有機微粒子などが用いられ得る。

【0066】本発明に係るフラッシュ定着トナーの製造方法は、トナー組成物中に赤外線吸収剤を配合しようとする際に、上記したような赤外線吸収剤液を用いることを特徴とするものである。すなわち、該トナー中に配合しようとする赤外線吸収剤を含む、好ましくはトナー中に配合しようとする量の3～50重量倍の濃度の赤外線吸収剤赤外線吸収剤液を、それぞれ所定量とされた前記したような結着樹脂、着色剤およびその他必要に応じて配合される添加剤を含有するトナー組成物に添加し、得られたトナー組成物を熔融混練し、冷却後、粉碎し、さらに必要に応じて分級してトナーを製造するものである。なお、赤外線吸収剤液中の溶剤は、トナー組成物中に当該赤外線吸収剤液を添加後、熔融混練ないしはその後の経過時間中に揮発除去される。

【0067】本発明の製造方法において、上記したようなトナー組成物を熔融混練する際に用いられる装置としては、最終的に得られる結着用樹脂中に赤外線吸収剤が溶解したないしは微分散状態、例えば0.5 μ m以下、好ましくは0.3 μ m以下、より好ましくは0.1 μ m以下に微分散した状態で存在し、かつトナー粒子相互および各トナー粒子内部における赤外線吸収剤の濃度分布が均一なものが得られる限り、特に限定されるものではない。例えば、ロールミル、ニーダー、加圧ニーダー、パンバリミキサー、ラボプラストミル、1軸あるいは2軸の混練押出機等を用いることができる。また、このような熔融混練に先立ち、必要に応じてヘンシェルミキサー、スーパーミキサー、Vブレンダー、タンブルブレンダー等を用いて予備混合する工程を設けることも可能である。なお、熔融混練する際のトナー組成物の粘度は、10³P～10⁵P(ボイズ)、好ましくは3×10³P～4×10⁴Pの範囲が好ましい。

【0068】本発明の製造方法においては、上記したように赤外線吸収剤としてその溶液ないしは分散液を使用するものであるために、比較的短時間の混練処理、ないしは連続的生産における混練処理によっても、混練されたトナー組成物中において赤外線吸収剤の均一な濃度分布ないし分散分布が達成される。

【0069】このような本発明に係るフラッシュ定着トナーの製造方法により製造されるフラッシュ定着トナーは、電子写真法において目的とされる解像度等によっても左右されるが、体積平均粒子径が例えば、3～15 μ m、好ましくは、5～15 μ m、より好ましくは、5～10 μ m程度のものとされる。

【0070】トナーの体積平均粒子径が15 μ mを越えるものである場合、トナーの粒子径が大きく充分な解像度の画像が得られない。逆に3 μ m未満の場合には得ら

れる画像の解像度は高いが、流動性が低いため画像が安定せず、カブリ、クリーニング不良の原因ともなる。

【0071】本発明に係るフラッシュ定着電子写真トナーの定着には、キセノンフラッシュランプを用い、キセノンフラッシュランプの電気入力エネルギーは単位面積当たり1.6～3J/cm²で定着することが好ましい。その定着度が70%以上であると使用に際し問題を生じないが、70%以下の場合、摩擦力などで脱離が生じ接触した他の物を汚染する等の問題を生じる。

【0072】本発明のフラッシュ定着トナーは、例えば、バーコード印刷、ラベル印刷、タグ印刷、カールソ方式あるいはイオンフロー方式等のプリンターおよびコピー等の各種の用途に好適に使用できるものであり、特にカラー化した実施形態においても安価にて良好なフラッシュ定着性を発揮する製品を提供できるために、これらの用途における画像のカラー化の要望に対応できるものである。

【0073】

【実施例】以下本発明を実施例に基づきより具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例に何ら限定されるものではない。なお、以下において、「%」および「部」は特に断らない限り重量によるものである。

【0074】実施例1

赤外線吸収剤(オクタキス(アニリノ)ーオクタキス(フェニルチオ)バナジルフタロシデニン)5部をメチルエチルケトン95部に溶解した、赤外線吸収剤濃度5%の赤外線吸収剤溶液(1)を得た。

【0075】ポリエステル樹脂(タフトンNE1110、花王製)94部、フタロシアンブルー(リオノールブルーES、東洋インキ製)5部、電荷制御剤(スピロンブラックTRH、保土ヶ谷製)1部の割合からなるトナー組成物10kgに前記濃度5%の赤外線吸収剤溶液(1)400部を添加しヘンシェルミキサーで充分混合した。その後、該トナー組成物を2軸押し出し機に連続フィードして熔融混練した。

【0076】このトナー組成物の熔融混練物を冷却後、粗砕し、さらにジェットミルで微粉碎した。得られた微粉碎物を風力分級し、平均粒子径8.5 μ mの青色粉体を得た。

【0077】この青色粉体100部に疎水性シリカR972(日本アエロジル製)0.3部を添加し、ヘンシェルミキサーで均一混合してトナー(1)を得た。

【0078】この様にして得られたトナー(1)に対し、以下の様な方法によって定着性、画像上のカブリ、定着画像のボイドに関して評価を行った。得られた結果を表1に示した。

【0079】実施例2

赤外線吸収剤(Kayasoub CY10 日本化薬製)20部、イソプロピルアルコール80部の割合の赤外線吸収剤液を連続式メディヤミルに通し、赤外線吸収

剤を $0.5\mu\text{m}$ 以下に微分散し、濃度 20% の赤外線吸収剤液 (2) を得た。

【0080】スチレンアクリル樹脂 (ST-95、三洋化成製) 92 部、赤色顔料 (ライオネルレッド C P-A、東洋インキ製) 7 部、電荷制御剤 (ボントロン E 84、オリエン化学製) 1 部、の割合のトナー組成物 10 kg に前記濃度 20% の赤外線吸収剤液 (2) 500 部を添加し、実施例 1 と同様の方法でトナー (2) を得た。このトナーの平均粒子径は $9.4\mu\text{m}$ であった。

【0081】この様にして得られたトナー (2) を実施例 1 と同様に評価した、その結果を表 1 に示した。

【0082】比較例 1

実施例 1 の赤外線吸収剤をメチルエチルケトンに溶解した赤外線吸収剤液を作成せずに、実施例 1 と同じトナー組成物 10 kg に赤外線吸収剤 (オクタキス (アニリノ) -オクタキス (フェニルチオ) バナジルフタロシニン) 20 部を添加し実施例 1 と同様の方法で比較用ト

* ナー (C1) を得た。このトナーの平均粒子径は $8.7\mu\text{m}$ であった。

【0083】この様にして得られた比較用トナー (C1) を実施例 1 と同じ方法で評価した、その結果を表 1 に示した。

【0084】比較例 2

実施例 2 の赤外線吸収剤をイソプロピルアルコールに微分散した赤外線吸収剤液を作成せずに実施例 2 と同じトナー組成物 10 kg に赤外線吸収剤 (Kayasoub CY10 日本化薬製) 100 部を添加し、実施例 2 と全く同じ方法で比較用トナー (C2) を得た。このトナーの平均粒子径は $9.2\mu\text{m}$ であった。この様にして得られた比較用トナー (C2) 実施例 1 と同じ方法で評価した、その結果を表 1 に示した。

【0085】

【表 1】

| | トナー | 赤外線 吸収剤* | 添加量 PHR | トナー粒子径 μm | 定着率 % | カブリ | ボイド |
|-------|------|-------------|------------|-------------------------|----------|-----|-----|
| 実施例 1 | (1) | A | 0.2 | 8.5 | 91 | ○ | ○ |
| 実施例 2 | (2) | B | 1.0 | 9.4 | 88 | ○ | ○ |
| 比較例 1 | (C1) | A | 0.2 | 8.7 | 54 | △ | △ |
| 比較例 2 | (C2) | B | 1.0 | 9.2 | 62 | × | △ |

赤外線吸収剤

A: オクタキス (アニリノ) -オクタキス (フェニルチオ) バナジルフタロシニン

B: Kayasoub CY10 日本化薬製

【0086】評価方法

定着度試験

トナー 4 部、アクリル変性シリコン樹脂被覆キャリア 96 部からなる現像剤を、市販の複写機 (レオドライ 7610、東芝製) にセットし、未定着画像を作成した後キセノンフラッシュランプを用いフラッシュ定着させた。

【0087】このフラッシュ定着画像を、スコッチメンディングテープ (3M 製) を用いたテープ剥離試験に供し、テープ剥離後の画像残存率を定着度として評価した。

【0088】テープ剥離後の画像残存率は、テープ剥離前後の画像濃度を測定し次式により算出した。

【0089】定着度 (%) = (テープ剥離後の画像濃度 / テープ剥離前の画像濃度) $\times 100$

画像濃度は、マクベス反射濃度計 RD514 型 (A division kollmorgen Corp 製) を用い測定した。

【0090】画像上のカブリ

白地画像部のトナーカブリを倍率 20 倍のルーペを用いて観察し評価した。なお、評価は次の 3 段階の基準によった：

○ トナーカブリなし；

△ トナーカブリあるが問題ないレベル；

× トナーカブリが多く問題。

30 【0091】定着画像のボイド評価

定着画像のベタ部のボイド (白抜け) を顕微鏡 (倍率 100 倍) で観察し評価した。なお、評価は次の 3 段階の基準によった：

○ ボイドの発生が認められない；

△ ボイドが若干認められる；

× ボイドが多く認められる；

— 未定着で評価不可。

【0092】

【発明の効果】以上述べたように本発明によれば、フラッシュ定着トナーを製造するにおいて、トナー中に添加される赤外線吸収剤の濃度よりも高濃度の赤外線吸収剤を予め溶剤に溶解ないしは分散させた赤外線吸収剤液を用いるため、連続生産しても、トナー中の赤外線吸収剤の濃度が一定し、且つ赤外線吸収剤が微分散出来るため定着性、帯電性等の物性が安定したトナーが得られる。本発明に係る製造方法で得られるフラッシュ定着トナーは、赤外線吸収剤がトナー組成物に溶解または微細に分散しているのでボイドが生じ難いものである。さらに使用する赤外線吸収剤の使用量もトナー組成物に対してごく僅かな量で十分な効果を生じるものとなる。

フロントページの続き

(72)発明者 森川 真美子
大阪府吹田市西御旅町 5 番 8 号 株式会社
日本触媒内

F ターム(参考) 2H005 AA06 AB02 AB04 CA21 EA07
FB03